

# BREVET D'INVENTION

P. V. n° 886.834

Classif. internat. :



N° 1.323.552

— G 01 n — G 21

**Perfectionnements apportés aux installations pour observer, à l'aide d'un microscope ou autre appareil, des objets disposés dans une enceinte étanche.** (Invention : Jean-Marie CHEVALIER et Pierre ROUSSEAU.)

COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE résidant en France (Seine).

**Demandé le 2 février 1962, à 16<sup>h</sup> 36<sup>m</sup>, à Paris.**

Délivré par arrêté du 4 mars 1963.

(Bulletin officiel de la Propriété industrielle, n° 15 de 1963.)

(Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11, § 7, de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.)

L'invention est relative aux installations destinées à permettre d'observer, à l'aide d'un microscope ou autre appareil, des objets disposés dans une enceinte étanche, notamment des métaux et alliages très oxydables et plus spécialement des échantillons de métaux radio-actifs, à observer à diverses températures, d'où résulte la nécessité de travailler sous vide en raison de l'oxydabilité desdits métaux.

Elle a pour but, surtout, de remédier aux difficultés auxquelles on s'était heurté dans les réalisations connues, pour monter sur une platine de microscope une enceinte chauffée et sous vide.

Elle consiste, principalement, dans les installations du genre en question, à monter les échantillons, et l'enceinte sous vide qui les contient, à l'intérieur d'une autre enceinte étanche, notamment du genre boîte à gants, et à monter la majeure partie au moins du microscope, ou autre appareil, à l'extérieur de ladite boîte, avec des moyens pour permettre de déplacer notamment, en translation, l'objectif dudit appareil par rapport à la platine fixe que constitue l'enceinte sous vide avec son ou ses échantillons.

Elle consiste, mise à part cette disposition principale, en certaines autres dispositions qui s'utilisent de préférence en même temps et dont il sera plus explicitement parlé ci-après.

Elle vise, plus particulièrement, certains modes d'application (notamment celui pour lequel les installations du genre en question sont destinées à l'observation, à l'aide d'un microscope, d'objets disposés dans une enceinte étanche) ainsi que certains modes de réalisation, desdites dispositions; et elle vise plus particulièrement encore, et ce à titre de produits industriels nouveaux, les ensembles du genre en

question comportant application de ces mêmes dispositions, ainsi que les éléments spéciaux propres à leur établissement.

Et elle pourra, de toute façon, être bien comprise à l'aide du complément de description qui suit, ainsi que des dessins ci-annexés, lesquels complément et dessins sont, bien entendu, donnés surtout à titre d'indication.

La fig. 1 de ces dessins montre en élévation, portions en coupe, une installation pour l'observation au microscope d'échantillons de métaux radio-actifs soumis à un chauffage dans une enceinte étanche, ladite installation étant établie conformément à l'invention.

La fig. 2 montre séparément, en coupe verticale, le four destiné à permettre le chauffage de l'échantillon, four monté dans la susdite enceinte.

Les fig. 3 et 4 sont deux schémas relatifs à des dispositions de régulation conformes à l'invention.

La fig. 5 est une courbe de montée en température.

Selon l'invention, et plus spécialement selon celui de ses modes d'application, ainsi que ceux des modes de réalisation de ses diverses parties, auxquels il semble qu'il y ait lieu d'accorder la préférence, se proposant par exemple d'examiner au microscope des échantillons en métaux radio-actifs, soumis à une action de chauffage, on s'y prend comme suit ou de façon analogue.

On note tout d'abord que, de tels métaux étant généralement très oxydables, il est nécessaire d'opérer ce chauffage sous vide, et avec une pression résiduelle aussi faible que possible.

D'autre part, comme les oxydes susceptibles de se former sont souvent pulvérulents,

il faut travailler sous boîte à gants, pour assurer la protection de l'opérateur contre les poussières radio-actives.

Ces conditions spéciales conduiraient donc normalement à monter le microscope dans la boîte à gants et à adapter l'enceinte de chauffage sous vide sur la platine ou le statif du microscope, ce qui conduit à de grandes difficultés, compte tenu de la nécessité de rendre la platine mobile, donc également ladite enceinte sous vide, vis-à-vis de l'objectif, pour permettre l'exploration du champ.

Pour remédier à ces inconvénients, on procède de façon telle, conformément à l'invention, que l'enceinte étanche soit montée de façon fixe dans la boîte à gants et que le microscope soit, au contraire, disposé à l'extérieur de cette boîte, et avec des moyens qui permettent de déplacer son objectif (traversant par exemple ladite boîte de façon étanche) par rapport à l'enceinte et à l'échantillon pour assurer l'exploration.

A cet effet, le microscope sera par exemple porté par un plateau fixé de façon déplaçable à volonté sur un support extérieur à la boîte à gants (pour permettre les déplacements transversaux micrométriques du faisceau explorateur). En outre, si l'on désire pouvoir agir en lumière polarisée, on fera comporter au microscope un illuminateur rotatif, propre à coagier avec un nicol ou polarisateur approprié, toujours extérieur à la boîte à gants, de sorte que, finalement, toutes les opérations sur le microscope se fassent à l'extérieur de ladite boîte à gants.

Pour réaliser les conditions venant d'être spécifiées, on peut recourir à divers modes de réalisation, par exemple à celui qui va être explicité, à titre d'exemple, en référence avec le dessin (fig. 1 et 2).

Pour ce qui est d'abord de l'enceinte étanche destinée à recevoir l'échantillon à étudier (échantillon 1, fig. 2), on la constitue par exemple par un corps cylindrique 2, fermé de façon étanche à ses deux extrémités par deux fonds 3 et 4, avec garniture d'étanchéité 5, l'un des fonds 3 étant percé d'une ouverture fermée par une lame plane à faces parallèles en quartz 6 pour l'examen microscopique.

Cette lame est fixée, par collage ou par soudage, sur le fond correspondant.

Ladite enceinte 2 est reliée par un conduit 7 à un groupe motopompe 8 pour ultra-vide. On a représenté, en outre, en 9 un piège à azote liquide. Un tel dispositif ne donne lieu à aucune contamination du circuit d'azote liquide.

On a représenté en 10 et en 11, respectivement, une jauge à ionisation et un creuset auxiliaire à utiliser dans certaines opérations; en particulier, si l'on veut révéler la structure

du métal en cours d'expérience, ce creuset auxiliaire permet l'attaque par une phase gazeuse obtenue en volatilisant un sel.

Enfin, il y a lieu d'ajouter encore que l'enceinte 2 est avantageusement à double paroi, et refroidie par circulation d'eau.

C'est à l'intérieur de cette enceinte étanche que l'on vient monter l'échantillon 1 à examiner, échantillon que l'on fait porter, par exemple, comme représenté sur la fig. 2, par un support 12 se terminant par des mors 13 venant saisir à leurs extrémités ledit échantillon. Ce type de fixation assure une orientation reproductible de l'échantillon par rapport à l'axe optique du système, orientation qui se maintient en cours du chauffage. Il permet aussi à l'échantillon de se dilater librement sans contrainte.

Quant à la source de chauffage à prévoir pour amener cet échantillon aux températures désirées, on utilisera par exemple, comme représenté sur la fig. 2, un four à résistance chauffante 14 en forme de boudin, cette résistance étant introduite à l'intérieur d'écrans métalliques réfléchissants 15. Cette résistance chauffante sera constituée de préférence par un conducteur en nickel-chrome, avec une gaine isolante en poudre de magnésie et encore une gaine extérieure en métal du type dit « inconnel ».

On peut aussi, dans le cas de températures élevées, et dans le but d'éviter toute métallisation parasite, utiliser une résistance en molybdène, métal qui conserve, à chaud, une très bonne tenue mécanique.

La spire pourrait alors être fixée sur une tige d'alumine au moyen de fils de platine.

Il est à noter encore que le métal de l'échantillon 1 est de préférence isolé de ses mors, sur la pièce 13, par une feuille très mince choisie dans un métal convenable.

L'ensemble de l'enceinte étanche, dont il vient d'être parlé, est monté sur un support 16 solidaire de colonnes 17 traversant, par des soufflets 18, une boîte à gants 19 qui entoure la susdite enceinte et ses éléments annexés.

On voit en 20 le passage du conduit allant au piège 9, avec, ici encore, des soufflets d'étanchéité 21.

En ce qui concerne maintenant le microscope destiné à permettre l'observation à travers la fenêtre de quartz 6, on l'agence de façon telle :

Qu'il soit porté par un plateau 22 monté sur une table 23 à l'extérieur de la boîte à gants 19; et

Que son objectif 24 puisse venir se présenter en face de la fenêtre 6, cela en traversant dans une ouverture appropriée 25 la paroi de ladite boîte;

Le tout en combinaison avec des soufflets

d'étanchéité qui maintiennent l'étanchéité de la boîte à gants au passage du microscope.

Dans la réalisation représentée, le corps ou tube porte-objectif 26 du microscope est solidaire du plateau 22 par l'intermédiaire d'un bloc micrométrique 27, et l'étanchéité avec la boîte à gants est obtenue par un soufflet 28, 29 reliant le corps 26 au bord de l'ouverture 25, ainsi que le système optique.

Pour permettre de déplacer le champ visuel et d'explorer ainsi toutes les surfaces de l'échantillon, on prévoit des moyens pour déplacer micrométriquement le plateau 22, cela par exemple à l'aide de vis micrométriques 30, ledit plateau reposant sur la table 23 par l'intermédiaire de plots 31 qui peuvent être au nombre de trois.

On peut en outre, et notamment lorsqu'on désire agir en lumière polarisante, prévoir un illuminateur rotatif, en combinaison avec un ou plusieurs polariseurs ou nicols.

Dans la réalisation représentée, on voit en 32 l'oculaire, en 34 un polariseur et, en 33, un interféromètre à polarisation. Le polariseur 34 coagit avec le polariseur 35 ménagé dans un illuminateur 36 coagissant avec un prisme 37, le tout étant monté de façon rotative autour de l'axe du tube porte-objectif 26, avec roulements à billes 38, le tube porte-objectif 24, 26 ne tournant pas.

On voit qu'avec un tel ensemble, la manipulation du microscope s'effectue entièrement à l'extérieur de la boîte à gants, et avec possibilité d'utiliser toutes les techniques d'observation usuelles, en particulier par la rotation de l'illuminateur et l'éclairage en lumière polarisée.

En outre, cette manipulation ne dérange en rien les conditions d'étanchéité de la boîte à gants 19 et de l'enceinte étanche 2.

Il convient de dire que la mise en œuvre de l'appareil nécessite un dégazage préalable de l'enceinte de chauffage 2, de son four 14, 15 et du piège 9.

On utilisera, dans ce but, des éléments chauffants amovibles, non représentés sur le dessin.

Les colonnes 17 reposent sur le sol. Le fait qu'elles ne sont pas reliées directement à la boîte à gants, mais par l'intermédiaire de soufflets tels que 18 ou de tous autres moyens intermédiaires, permet, en supprimant toute liaison rigide, d'éviter les transmissions de vibrations qui pourraient être gênantes pour la microphotographie.

La boîte à gants repose elle-même sur des pieds figurés en 39.

Les dispositifs de chauffage pourraient d'ailleurs être autres que ceux prévus : on pourrait utiliser, par exemple, le chauffage par induction ou le chauffage par bombardement électronique.

En combinaison, avec l'ensemble, sera avantageusement prévu un système de régulation automatique pour maintenir la température à des valeurs désirées et réglables, ce système comprenant des couples thermosensibles propres à coopérer avec tous relais de servo-commande.

En particulier, il peut être intéressant d'obtenir une montée en température selon une courbe notamment linéaire de la température  $T$  en fonction du temps  $t$ , courbe telle que C fig. 5, de façon à faire apparaître les points singuliers ou paliers tels que P, correspondant à une transformation des métaux ou alliages à étudier.

A cet effet, et pour la réalisation du système de régulation, on a recours par exemple à une autre disposition de l'invention — disposition susceptible, le cas échéant, d'être utilisée isolément — selon laquelle on met en opposition deux tensions, savoir, l'une ou tension pilote provenant par exemple d'un rhéostat qui assure par son curseur la variation notamment linéaire de ladite tension, l'autre étant prélevée sur un thermocouple soumis à la température du four, lequel est chauffé électriquement par un circuit de chauffage commandé par un second rhéostat, le tout en combinaison avec des moyens moteurs, commandés par la tension d'erreur provenant de la comparaison des deux susdites tensions et agissant notamment sur le second rhéostat pour assurer à chaque instant la température de chauffage désirée.

Ces derniers moyens comprennent par exemple un système moteur mis en marche dans un sens ou dans l'autre, à l'aide d'un relais galvanométrique influencé par ladite tension d'erreur, ledit système assurant la commande du second rhéostat, notamment sous forme d'impulsions successives.

Suivant un premier mode de réalisation illustré sur la fig. 3, la précédente disposition est par exemple mise en œuvre de la façon suivante.

Le premier rhéostat, visible en 41, et alimenté par une source 42, a son curseur entraîné par un moteur par exemple synchrone  $M_1$ , dont la vitesse est choisie selon la courbe de montée en température désirée. La tension aux bornes de ce rhéostat en  $ac$  est donc la tension pilote susvisée.

Cette tension est mise en opposition, en  $b$ , avec celle produite par un thermocouple soumis à la température de four, notamment soudé sur la résistance chauffante 14 de ce dernier.

La tension d'erreur, intervenant dans le circuit  $abc$ , agit alors sur le relais galvanométrique 46, et, suivant son sens, elle ouvre ou elle ferme un circuit indépendant 47 comprenant un ou plusieurs relais inverseurs, dont la bobine est visible en 48.

C'est ce dernier relais qui, de la manière qui va être indiquée ou de toute autre manière, met en marche dans un sens ou dans l'autre le système moteur destiné à commander le curseur du second rhéostat, figuré en 49 et propre à faire agir la tension du circuit de chauffage 14, ce circuit recevant son alimentation, par exemple du secteur, en S.

Le système moteur représenté comporte :

D'une part, un moteur  $M_1$  à deux bobinages représentés en 50 et 50' et assurant respectivement les deux sens de rotation, ce moteur étant destiné à actionner le curseur du rhéostat 49 et étant commandé par un interrupteur I à partir du relais 48, tout en étant également sous la dépendance de contacts interrupteurs influencés par les moteurs dont il va être parlé; et

D'autre part deux autres moteurs  $m_1$  et  $m_2$  commandés par un second interrupteur  $i$  à partir du relais et commandant par des cames  $C_1$ ,  $C_2$  des jeux de contacts 52, 53 et 52', 53', le premier moteur  $m_1$  intervenant pour un certain sens du moteur  $M_1$  (bobinage 50) et le second moteur  $m_2$  intervenant pour l'autre sens (bobinage 50').

Il y a deux cames  $C_1$  qui agissent simultanément de façon à ouvrir un contact 52, tandis que se ferme l'autre 53. Il en est de même pour deux cames  $C_2$  vis-à-vis des contacts 52', 53'. Les cames, dans chaque paire, sont convenablement calées.

L'ensemble fonctionne par exemple comme suit :

Le relais inverseur I,  $i$ , étant par exemple d'abord à la position 0,1, comme représenté sur la fig. 3, les phénomènes suivants se produisent, au passage des cames  $C_1$  devant leurs microcontacts 52, 53 :

La maille figurée en ABC s'ouvre en 52, mais le moteur  $m_1$ , qui tournait, continue à tourner puisqu'il est alimenté par la maille AC;

Mais la maille EFG se ferme en 53, de sorte que le moteur  $M_1$ , par son enroulement 50, est alimenté et entraîne, durant le temps de fermeture du contact 53, le bras mobile du rhéostat 49.

Les mêmes phénomènes se produisent à chaque tour de rotation du moteur  $m_1$  et il en résulte une variation par impulsion, c'est-à-dire par bonds, de la tension aux bornes du four en 14. Cela continue ainsi jusqu'au moment où, le courant venant à changer de sens dans la maille  $abc$ , les interrupteurs I,  $i$ , viennent en 0,2.

A ce moment, le moteur  $m_1$  s'arrête, et c'est alors le moteur  $m_2$  qui se met en marche pour donner lieu, avec le bobinage 50' du moteur  $M_1$  et avec les contacts 52, 52' et 53, 53', à un fonctionnement analogue.

Il est à noter que le moteur  $m_1$  ne s'arrête

qu'au passage de la came  $C_1$  qui ouvre la maille ABC et ferme la maille EFG. Pour cette position, le tout est prêt pour transmettre immédiatement une impulsion lorsque le relais inverseur ramènera les contacts I,  $i$  en 0,1. Il n'y a donc pas de temps mort, et c'est là l'un des avantages du dispositif à moteurs multiples susvisés.

Finalement, à l'équilibre, le bras du rhéostat 49 prend un mouvement alternatif autour d'une position d'équilibre. L'effet d'une tendance au refroidissement ou à l'échauffement du four a pour effet de modifier la période de ce mouvement.

Sur un dispositif de ce genre, il y aura par exemple deux vitesses de variation de la température, l'une de 100 degrés C/heure, l'autre de 200 degrés C/heure. La vitesse de rotation des moteurs entraînant les cames sera par exemple d'un tour en 6 secondes. Les cames auront un angle utile de 15° environ, ces indications n'étant nullement limitatives.

Les enregistrements de température en fonction du temps, obtenus avec le type de four décrit plus haut, font apparaître une oscillation de température de l'ordre du degré, la dérive de la courbe étant nulle.

Dans le dispositif de la fig. 3, où l'action régulatrice s'exerce sans retard, on peut obtenir une période de coupures de l'ordre de 30 s. Cette période est assez grande pour autoriser un léger retard dans l'action régulatrice, ce qui permet de simplifier la réalisation du dispositif, par exemple selon le mode de réalisation suivant.

Suivant ce mode de réalisation, où l'on a représenté encore en 50 et 50' les deux bobinages du moteur  $M_1$  actionnant le rhéostat 49, on commande l'intervention successive des deux bobinages à l'aide d'une came unique C, agissant sur deux contacts 53, 53', cette came étant entraînée de façon continue par un moteur  $m$ .

Suivant la position du relais inverseur, le bobinage correspondant est excité durant le temps de passage de la came. Dans le cas le plus défavorable, l'action régulatrice s'exerce avec un temps de retard égal au temps mis par le moteur entraînant la came pour faire un tour (cas où le relais inverseur change de position au moment où la came cesse d'agir sur l'interrupteur correspondant).

Bien que moins précis, ce système pourra convenir dans de nombreux cas.

En suite de quoi, quel que soit le mode de réalisation adopté, on peut obtenir un ensemble dont le fonctionnement ressort suffisamment de ce qui précède pour qu'il soit inutile d'insister à son sujet, et qui présente, par rapport aux installations du genre en question

déjà existantes, de nombreux avantages, notamment :

Celui de permettre des manipulations aisées de l'extérieur de la boîte à gants;

Celui de faciliter le montage, en particulier en ce qui concerne l'enceinte étanche et son four; et

Celui d'assurer dans de bonnes conditions le réglage du four.

Comme il va de soi et comme il résulte d'ailleurs déjà de ce qui précède, l'invention ne se limite nullement à ceux de ses modes d'application, non plus qu'à ceux des modes de réalisation, de ses diverses parties, ayant été plus spécialement envisagés; elle en embrasse, au contraire, toutes les variantes.

#### RÉSUMÉ

L'invention a pour objet des perfectionnements apportés aux installations pour observer, à l'aide d'un microscope ou autre appareil, des objets disposés dans une enceinte étanche, plus spécialement des échantillons de métaux radio-actifs, et cela à des températures nécessitant la mise sous vide des échantillons; lesquels perfectionnements comportent notamment les caractéristiques suivantes, à utiliser séparément ou en combinaison :

1° On monte les échantillons, et l'enceinte sous vide qui les contient, à l'intérieur d'une autre enceinte étanche, notamment du genre boîte à gants, et on monte la majeure partie au moins du microscope, ou autre appareil, à l'extérieur de ladite boîte, avec des moyens pour permettre de déplacer en translation l'objectif dudit appareil par rapport à la platine fixe que constitue l'enceinte sous vide avec son ou ses échantillons;

2° L'enceinte étanche est constituée par un corps cylindrique, ou autre, fermé de façon étanche à ses deux extrémités avec, à l'une d'elles, une fenêtre de quartz pour le passage des rayons lumineux;

3° L'échantillon à étudier est engagé dans des mors, à l'intérieur de l'enceinte, et il est soumis à l'action de chauffage d'une résistance électrique à l'intérieur d'un réflecteur;

4° Ladite enceinte est reliée à une pompe ultra-vide avec, en outre, si nécessaire, un piège à azote liquide;

5° Le tout est contenu dans une boîte à gants qui est supportée sur des pieds et qui est traversée de façon étanche par des colonnes supportant un microscope, extérieurement à ladite boîte à gants;

6° Le microscope est supporté par un pla-

teau susceptible d'être déplacé transversalement à l'axe du microscope, pour permettre d'examiner convenablement l'échantillon, l'objectif se présentant devant la fenêtre de quartz;

7° Une étanchéité par soufflets est ménagée entre le porte-objectif et l'ouverture correspondante de la boîte à gants;

8° Une étanchéité du même genre est prévue entre l'objectif et l'ouverture correspondante de la boîte à gants;

9° Le microscope comporte un illuminateur rotatif;

10° Cet illuminateur est en combinaison avec des polariseurs pour permettre l'éclairage en lumière polarisée;

11° Dans une installation, par exemple du genre susvisé, comprenant un four à chauffage et à température réglables, on prévoit un système de régulation selon lequel on met en opposition deux tensions, savoir, l'une ou tension pilote provenant par exemple d'un rhéostat qui assure par son curseur la variation notamment linéaire de ladite tension, l'autre étant prélevée sur un thermocouple soumis à la température du four, lequel est chauffé électriquement par un circuit de chauffage commandé par un second rhéostat, le tout en combinaison avec des moyens moteurs, commandés par la tension d'erreur provenant de la comparaison des deux susdites tensions et agissant notamment sur le second rhéostat pour assurer à chaque instant la température de chauffage désirée;

12° Les susdits moyens moteurs comprennent, par exemple, au moins un moteur mis en marche dans un sens ou dans l'autre à l'aide d'un relais galvanométrique influencé par la tension d'erreur, ledit système assurant la commande du rhéostat, notamment sous forme d'impulsions successives;

13° Les impulsions successives sont provoquées par deux moteurs auxiliaires mis en marche respectivement, selon que le moteur principal est amené à tourner dans un sens ou dans l'autre, lesdits moteurs auxiliaires agissant sur des cames, le tout étant agencé de façon à éviter les temps morts;

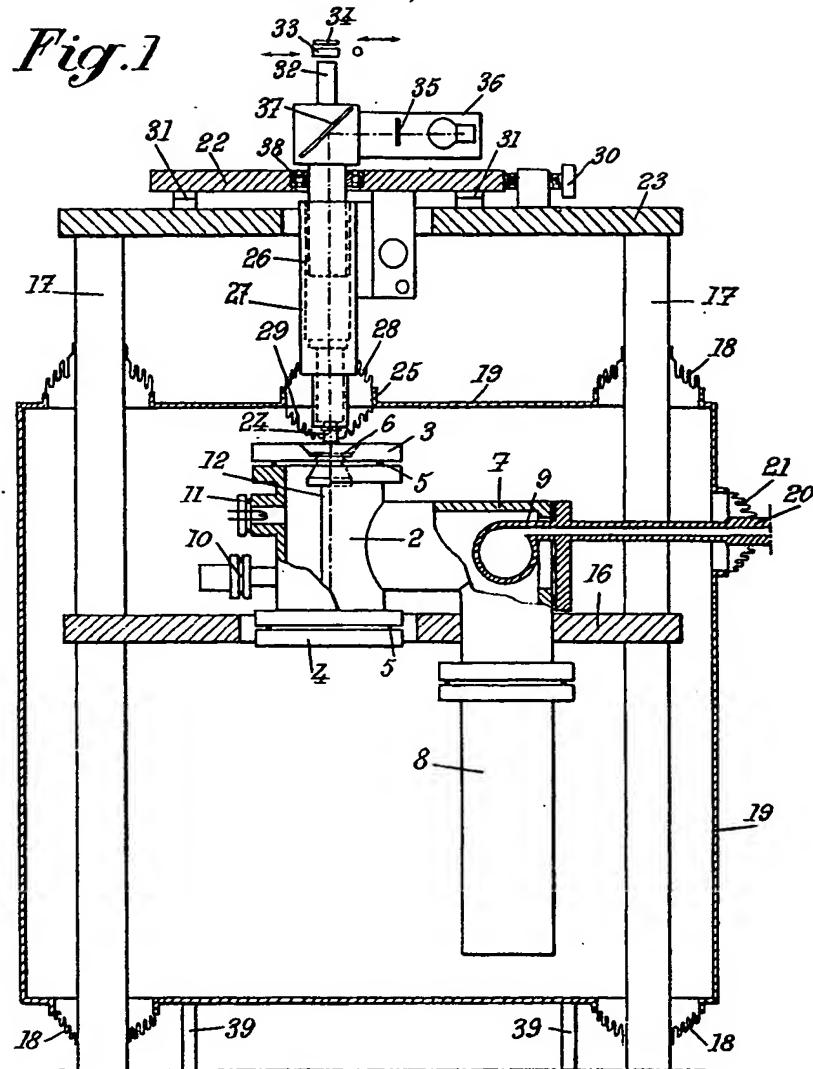
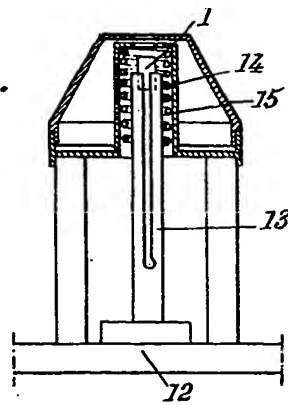
14° Les impulsions successives sont assurées par un seul moteur auxiliaire tournant constamment et entraînant au moins une came qui agit sur des interrupteurs intercalés dans les bobinages du moteur principal.

#### COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE

Par procuration :

Plasseraud, Devant, Gutmann, Jacquelin

à l'Energie Atomique

*Fig.1**Fig.2.*

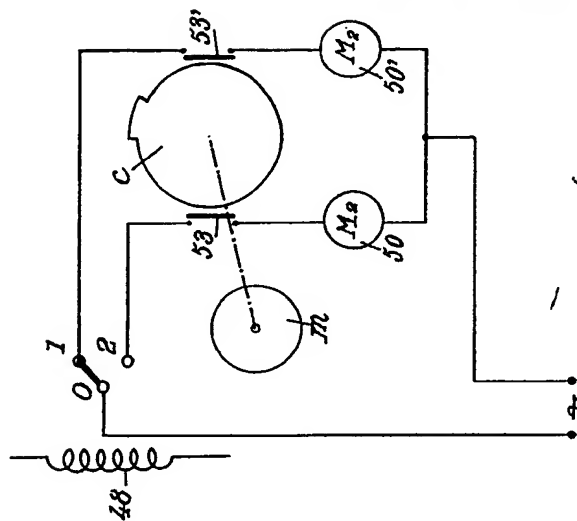


Fig. 4.

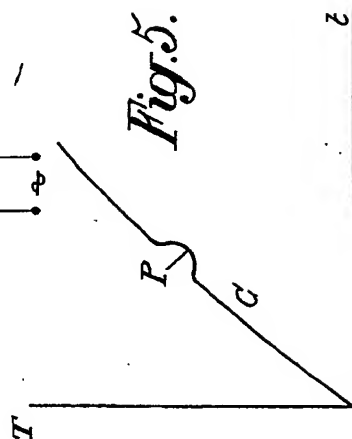


Fig. 5.

Fig. 3

